

19



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



11 Numéro de publication:

**0 456 023 A1**

12

## DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

21 Numéro de dépôt: 91106385.7

51 Int. Cl.<sup>5</sup>: C07D 311/62

22 Date de dépôt: 20.04.91

30 Priorité: 09.05.90 CH 1573/90

43 Date de publication de la demande:  
13.11.91 Bulletin 91/46

84 Etats contractants désignés:  
AT BE CH DE ES FR GB IT LI LU NL SE

71 Demandeur: SOCIETE DES PRODUITS NESTLE  
S.A.  
Service des Brevets Case postale 353  
CH-1800 Vevey(CH)

72 Inventeur: Lunder, Tito Livio  
Petoleyres 15  
CH-1110 Morges(CH)

54 Procédé d'obtention de complexes de catechines.

57 Selon l'invention, on infuse des feuilles de thé vert dans l'eau, on concentre l'extrait jusqu'à une consistance de liqueur, on extrait cette liqueur au dichlorométhane pour éliminer les pigments, on mélange la phase aqueuse avec du sable de mer purifié pour former une pâte, on élue les complexes de catéchines avec de l'acétone et on évapore l'acétone pour obtenir une poudre.

EP 0 456 023 A1

L'invention concerne un procédé d'obtention de complexes de catéchines.

Jusqu'à présent, les procédés d'obtention de catéchines à partir de thé ou d'autres plantes impliquaient l'utilisation de solvants chauds qui augmentaient les risques de polymérisation. Les catéchines peuvent aussi être extraites à froid mais les tannins condensés doivent être éliminés en saturant la phase aqueuse avec du chlorure de sodium.

Le procédé, objet de la présente invention, permet d'effectuer une bonne extraction des catéchines contenues dans certaines plantes, tout en éliminant les tannins polymérisés.

L'invention concerne un procédé d'obtention de complexes de catéchines, dans lequel on infuse des feuilles de thé vert ou toute autre plante contenant des catéchines, on concentre l'extrait jusqu'à une consistance de liqueur, on extrait cette liqueur au dichlorométhane pour éliminer les pigments, on mélange la phase aqueuse avec du sable de mer purifié pour former une pâte, on élue les complexes de catéchines avec de l'acétone et on évapore l'acétone pour obtenir une poudre. De manière avantageuse, on élue les catéchines avec de l'acétone contenant une faible quantité d'eau.

Par complexes de catéchines on entend notamment la catéchine, l'épicatéchine, le catéchine gallate et l'épigallotechingallate.

Les catéchines trouvent une application notamment comme additifs dans des infusions de thé noir pendant la fabrication de thé noir instantané pour éviter la formation de crème de thé, qui est un complexe de caféine et de polyphénols. On sait aussi que les catéchines sont utilisables comme sources de vitamines P et peuvent entrer dans des spécialités pharmaceutiques pour la prévention de la fragilité capillaire.

Comme autre plante contenant des complexes de catéchines, on peut citer notamment la vigne rouge.

On a constaté, de manière surprenante, selon l'invention, que si on utilise du sable de mer purifié, les tannins polymérisés sont fortement retenus sur ledit sable, tandis que les catéchines sont aisément éluées avec de l'acétone, contenant avantageusement une faible quantité d'eau.

Les feuilles de thé sont infusées par charge ou à contre-courant, soit à chaud à une température comprise entre 90 et 130 °C à une pression comprise entre 1 et 3 bars, de préférence 2 bars, pendant 10 à 30 minutes, soit à froid à une température comprise entre 20 et 30 °C à pression atmosphérique pendant 5 à 6 heures. Le traitement à froid permet de ménager le produit et d'éviter l'oxydation des catéchines et le traitement à chaud permet d'augmenter le rendement d'extraction.

Après infusion, les feuilles sont séparées par centrifugation et l'infusion est concentrée jusqu'à

une liqueur lourde ayant une teneur en matière sèche comprise entre 25 et 30%, selon des techniques conventionnelles.

Les pigments sont éliminés par une extraction liquide-liquide avec un solvant tel que le dichlorométhane. Lors de cette extraction le rapport en volume liqueur:solvant est compris entre 1:5 et 1:20.

La phase aqueuse est ensuite mélangée avec du sable de mer purifié dans un percolateur, dans une colonne ou dans tout autre dispositif permettant l'évaporation subséquente d'eau. L'élution des catéchines se fait avec de l'acétone contenant une faible quantité d'eau. On verse l'acétone sur le mélange de sable de mer et de thé et on recycle plusieurs fois cette acétone pour garantir une élution complète des complexes de catéchines.

On chasse ensuite l'acétone sous pression réduite et on poursuit le séchage jusqu'à l'obtention d'une poudre jaunâtre. La solution aqueuse obtenue après élimination de l'acétone peut être aussi séchée par pulvérisation ou par lyophilisation.

Le rendement du procédé selon l'invention est d'environ 60 à 70%.

La suite de la description est faite en référence aux exemples.

#### Exemple 1

100 g de feuilles de thé vert sec sont infusés dans de l'eau désionisée à 95 °C pendant 10 minutes.

Les feuilles épuisées sont séparées par centrifugation et l'infusion claire est concentrée sous pression réduite jusqu'à la consistance d'une liqueur lourde ayant une teneur en matière sèche d'environ 27 à 30%.

Cette liqueur lourde est extraite au dichlorométhane pour éliminer les pigments du thé vert.

La phase aqueuse est mélangée avec une quantité de sable de mer purifié suffisante pour donner une pâte qu'on sèche à 70 °C sous vide. Les catéchines sont éluées avec 200 ml d'acétone contenant 5% d'eau. On relave le mélange thé:sable avec 100 ml d'acétone contenant 5% d'eau.

La phase organique est évaporée sous pression réduite et on poursuit la concentration de la phase aqueuse jusqu'à l'obtention d'un résidu de consistance sirupeuse qui est séché par atomisation. Alternativement, après avoir éliminé l'acétone, la phase aqueuse peut être lyophilisée. La poudre ainsi obtenue est soluble dans l'eau et l'éthanol.

#### Exemple 2

100 ml de feuilles de thé vert sec sont extraits dans une cellule avec de l'eau désionisée à 130-

125° C sous une pression de 2 bars pendant 15 min. en recyclant continuellement l'extrait.

Les feuilles épuisées sont lavées avec de l'eau fraîche qui est ajoutée à l'extrait précédent. La centrifugation ou filtration sont généralement inutiles car les couches de feuilles ainsi que les souches sur le bas et le haut des opercules agissent comme des filtres efficaces.

L'extrait est évaporé jusqu'à une teneur en matière sèche d'environ 20-25% et on fait une extraction au dichlorométhane pour éliminer les pigments.

La phase aqueuse visqueuse est mélangée avec une quantité suffisante de sable de mer purifié pour donner une pâte qu'on sèche à 60° C sous vide.

Les catéchines sont retenues sur le sable et éluées ensuite avec de l'acétone contenant 5% d'eau.

La phase organique est évaporée sous pression réduite et on poursuit la concentration de la phase aqueuse jusqu'à l'obtention d'un résidu de consistance sirupeuse qui est séché par atomisation. Alternativement, après avoir éliminé l'acétone, la phase aqueuse peut être lyophilisée. La poudre ainsi obtenue est soluble dans l'eau et l'éthanol.

la liqueur avec du dichlorométhane dans un rapport en volume liqueur:dichlorométhane compris entre 1:5 et 1:20.

## Revendications

1. Procédé d'obtention de complexes de catéchines caractérisé en ce qu'on infuse des feuilles de thé vert dans l'eau, on concentre l'extrait jusqu'à une consistance de liqueur, on extrait cette liqueur au dichlorométhane pour éliminer les pigments, on mélange la phase aqueuse avec du sable de mer purifié pour former une pâte, on élue les complexes de catéchines avec de l'acétone et on évapore l'acétone pour obtenir une poudre.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on infuse les feuilles de thé vert à une température comprise entre 90 et 130° C à une pression comprise entre 1 et 3 bars pendant 10 à 30 min.
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on infuse les feuilles de thé vert à une température comprise entre 20 et 30° C à pression atmosphérique pendant 5 à 6 h.
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on concentre l'extrait jusqu'à obtenir une teneur en matière sèche comprise entre 25 et 30%.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on extrait



Office européen  
des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 91 10 6385

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A	FR-A-1 584 725 (ROUSSEL-UCLAF)(02-01-1970) * Page 1; page 3, colonne 2, paragraphe 3; page 4, exemple 1; pages 6-8 *	1-4	C 07 D 311/62
A	DERWENT JAPANESE PATENT REPORTS, vol. 13, no. 3 (C-557)[3351], 6 janvier-1989, Derwent Publications Ltd, Londres, GB; & JP-A-63 214 183 (MITSUI NORIN K.K.) 06-09-1988 * Résumé *	1-4	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			C 07 D 311/00
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
La Haye		31 juillet 91	FRANCOIS J.C.L.
<div>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</div> <div><div>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention</div><div>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ..... &amp; : membre de la même famille, document correspondant</div></div>			